



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96116057.8

[43]公开日 1998年5月27日

[11] 公开号 CN 1182593A

[22]申请日 96.11.18

[71]申请人 王立杰

地址 250013山东省济南市经十路东首科院路9号

[72]发明人 王立杰 赵佳民

[74]专利代理机构 山东省专利事务所
代理人 赵佳民

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 硫酸软骨素及其提取方法

[57]摘要

本发明涉及一种生化药物硫酸软骨素的提取方法。主要解决目前同类产品工艺复杂、操作繁琐、成本较高、生产周期长问题，该产品主要以动物软骨为原料，经浸出提取、盐酸盐解、除酸性蛋白、纯化沉淀、干燥等工序制得。该方法制得的产品，采用稀碱—浓盐提取新工艺不需酶解和脱色处理，产品色泽洁白、疏松，收率在15—20%之间，符合口服质量标准、操作简便、成本较低、生产周期短。

权 利 要 求 书

1、一种硫酸软骨素，其特征在于：是从动物软骨中提取的能完全溶解，旋光度 $-20--35^{\circ}\text{C}$ ，氨基葡萄糖含量为 $24-30\%$ 的白色粉末。

2、一种权利要求1所述的硫酸软骨素的提取方法，其特征在于：

(1) 将洁白干净的碎软骨置于提取罐内，加浓度 $3-3.5\text{mol/l}$ 的氯化钠溶液使骨渣完全浸没为止，用氢氧化钠调节 $\text{PH } 12-13$ 搅拌提取 $10-15$ 小时、过滤、滤渣同上操作重提1次，合并2次提取液；

(2) 提取液用盐酸调节 PH 至 $7-8$ 迅速升温到 $70-90^{\circ}\text{C}$ 保持 $10-60$ 分钟，冷却后过滤得滤液为盐解液；

(3) 盐解液加氯化钙过滤得滤液；

(4) 过程(3)的滤液加双氧水，调 $\text{PH } 8.5-10$ 氯化 15 小时后过滤得滤液；

(5) 过程(4)的滤液调 $\text{PH } 6-7$ 加1倍无离子水再加入 95% 乙醇，使醇的浓度达到 $50-60\%$ 存放至清，虹吸除上清液沉淀抽干、脱水、干燥得硫酸软骨素成品。

3、根据权利要求2所述的硫酸软骨素生产方法，其特征在于盐解液加氯化钙的浓度应是 $1-5\%$ 。

4、根据权利要求2所述的硫酸软骨素生产方法，其特征在于加入的双氧水的浓度是 $1-3\%$ 。

说明书

硫酸软骨素及其提取方法

本发明属于一种生化制剂，特别涉及的是利用动物软骨作原料提取的硫酸软骨素及其提取方法。

目前，国内提取硫酸软骨素的方法，大致有稀碱—酶解提取法，酶解—树脂提取法，稀碱浓盐提取法等几种，其中稀碱—酶解提取法用活性白陶土和活性炭作吸附剂，虽可除去剩余的蛋白质和多肽，但一些软骨素也将被吸附掉，从而影响了收率，另外在该法中活性白陶土要经过处理，给生产带来了麻烦和增加了成本，同时酶解的终点难以控制，蛋白质经水解后溶液变得粘稠过滤时困难很大，酶解—树脂提取法中，采用 Amberlite IRA-933 型离子交换树脂，树脂价格昂贵，处理麻烦繁琐，特别是增加产量时需大量的树脂很不经济，稀碱浓盐提取法中，除酸性蛋白调节 PH 1—2 在产量大时过滤需要很大时间，硫酸软骨素中的氨基就要被解离下来影响了收率和质量。

本发明的目的在于克服上述现有技术的不足，提供一种提取硫酸软骨素的方法，使其产品的质量高，成本低，生产工艺简单。

本发明是这样实现的：

一种硫酸软骨素，其特点是一种从动物软骨中提取的能完全溶解，其旋光度为 -20 至 -35°C 、氨基葡萄糖含量的 $24-30\%$ 的白色粉末。

一种硫酸软骨素的提取方法为：

(1) 将洁白干净的碎软骨置于提取罐内，加浓度 $3-3.5\text{mol/l}$ 在氯化钠溶液使骨渣完全浸没为止。用氢氧化钠调节 PH $12-13$ 搅拌提取 $10-15$ 小时过滤，滤渣同上操作重提一次，后并 2 次提取液。

(2) 提取液用盐酸调节 PH 至 $7-8$ 迅速升温到 $70-90^{\circ}\text{C}$ 保持 $10-60$ 分钟，冷却后过滤，得滤液为盐解液。

(3) 盐解液，加氯化钙过滤得滤液。

(4) 过程 (3) 的滤液加入双氧水，调 PH $8-10$ 氧化 $15-$

2.5 小时后过滤，得滤液。

(5) 过程 (4) 的滤液调 PH 6 - 7 加 1 倍无离子水，再加入 95 % 乙醇，使醇的浓度达到 50 - 60 %，存放至清，虹吸除上清液，沉淀抽干、脱水、干燥得硫酸软骨素成品。

上述硫酸软骨素，提取方法中盐解液中加氯化钙的浓度是 1 - 5 %。

上述硫酸软骨素提取方法中加入的双氧水的浓度是 1 - 3 %。

实施例 1

1、将洁白干净的碎软骨置于提取罐内，加液度 3 mal/l 的氯化钠溶液使骨渣完全浸没为止，用氢氧化钠调节 PH 12.5 搅拌提取 10 小时过滤、滤渣同上操作重提一次，合并 2 次提取液。

2、提取液用盐酸调节 PH 至 7 迅速升温到 80 °C 保持 20 分钟，冷却后过滤得滤液为盐解液。

3、盐解液加 1.5 % 氯化钙过滤得滤液。

4、过程 (3) 的滤液加入 2 % 的双氧水调 PH 9.5 氧化 20 小时后过滤得滤液。

5、过程 (4) 的滤液调 PH 6.5 加 1 倍无离子水，再加入 95 % 乙醇，使醇的浓度达到 55 % 存放至清、虹吸除上清液、沉淀、抽干、脱水、干燥得硫酸软骨素成品。

本发明的优点很多，由于本工艺是用稀碱浓盐提取之后又用氯化钙、双氧水沉淀、氧化除蛋白质，并进行脱色，得到的产品收率高、色泽洁白、粉末疏松，符合口服质量标准，且生产操作简便，成本较低，周期短。

采用以上方法获得的成品，其检测结果为：

上述硫酸软骨的提取方法中加氯化钙的浓度应是 1 - 5 % 加双氧水的浓度应是 1 - 3 %

收率 (对于软骨)	15 %
外观	有色粉末
溶解度 (2 % H ₂ O)	完全
旋光度	-20 - 125
干燥水分	<10 %

蛋白质	< 3.5 %
重金属	< 30 ppm
氨基葡萄糖含量	24 - 30 %
细菌数量	< 1000 cfu/g
病原体	存在

从以上检测结果看产品符合口服级指标

生产该产品时应注意以下几个问题

- 1、要注意整个车间的环境整洁、工作人员要注意卫生，防止产品受潮，受细菌污染。
- 2、在各个工序中过滤是非常重要的防止在操作中的跑冒滴漏现象，并作到过滤迅速。

由于本工艺是用稀碱浓盐提取之后又用氯化钙、双氧水、沉淀氧化除蛋白质，并进行了脱色，故得到的产品收率高，色泽洁白，粉末疏松，符合口服质量标准且生产操作简便，成本较低，周期短。